## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

10-300963

(43) Date of publication of application: 13.11.1998

(51)Int.CI.

G02B 6/13

(21)Application number: 09-107965

(71)Applicant: KYOCERA CORP

(22)Date of filing:

24.04.1997

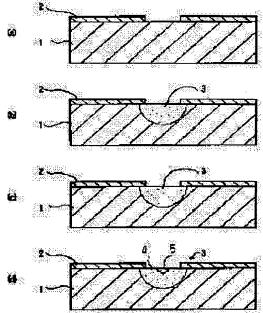
(72)Inventor: NISHIMURA KOTA

## (54) FORMATION OF OPTICAL WAVEGUIDE

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prevent the complication of production stages and structures, to improve reproducibility as a device and to prevent the increase of the cost of the device by exposing a silicon substrate to oxygen which is formed as plasma or is activated or gas having oxygen atoms in molecules, thereby oxidizing this silicon substrate.

SOLUTION: A masking layer 2 opened only in the region to constitute an optical waveguide is disposed on the silicon substrate 1. The masking layer 2 is formed by making the region 3 to constitute the optical waveguide porous by an anodic chemical conversion treatment. The silicon substrate 1 is carried into a vacuum apparatus in order to remove moisture sticking to the surface of the porous silicon region 3. The substrate is then heated up to 200 to  $400^{\circ}$  C in the state of  $\leq 5 \times 10-3$  Torr and further vacuum evacuation is executed down to ≤5 × 10-6 Torr. The substrate is heated up to 300 to 500° C and the oxygen is introduced into the apparatus. The



introduced gas is thereafter activated or converted to the plasma by RF or electron cyclotron, microwaves, etc., and the silicon substrate 1 is exposed into this atmosphere, by which the oxidation of the region 3 made porous is executed.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

09.08.2001

[Date of sending the examiner's decision of

rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3457836

01.08.2003 [Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection [Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

6/13

# (12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

## 特開平10-300963

(43)公開日 平成10年 (1998) 11月13日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup> G 0 2 B 識別記号

FΙ

G02B 6/12

M

審査請求 未請求 請求項の数3 OL(全5頁)

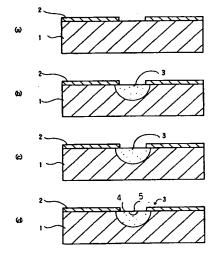
(21)出願番号	特願平9-107965	(71)出願人	000006633 京セラ <del>株式会</del> 社
(22)出願日	平成9年(1997)4月24日	(72)発明者	京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地 西村 剛太
		(72)光明有	京都府相楽郡精華町光台3丁目5番地 京セラ株式会社中央研究所内

## (54) 【発明の名称】光導波路の形成方法

## (57) 【要約】

【課題】 製造工程や構造が複雑化し、装置としての再現性が悪く、さらに装置が高価になるという問題があった。

【解決手段】 シリコン基板内にコア部とクラッド部から成る光導波路を形成する光導波路の形成方法において、前記シリコン基板の光導波路形成部分を多孔質化した後、プラズマ化若しくは活性化した酸素もしくは分子中に酸素原子を有する気体に曝して酸化する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 シリコン基板内にコア部とクラッド部から成る光導波路を形成する光導波路の形成方法において、前記シリコン基板の光導波路形成部分を多孔質化した後、プラズマ化若しくは活性化した酸素もしくは分子中に酸素原子を有する気体に曝して酸化することを特徴とする光導波路の形成方法。

【請求項2】 前記多孔質化した領域をプラズマ化若しくは活性化した酸素若しくは分子中に酸素原子を有する 気体と共に、ハロゲン原子を有する気体に曝して酸化することを特徴とする請求項1に記載の光導波路の形成方法。

【請求項3】 前記多孔質化した領域をプラズマ化若しくは活性化した酸素若しくは分子中に酸素原子を有する 気体に所定時間曝して酸化した後、前記光導波路の屈折率を制御するための不純物を含有する気体に所定時間曝 すことを特徴とする請求項1に記載の光導波路の形成方法。

### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は光導波路の形成方法 に関し、特に単結晶シリコン基板の一部を多孔質化して 酸化して光導波路を形成する光導波路の形成方法に関す る。

[0002]

【従来の技術】従来から、光集積回路では、発光素子もしくは受光素子を基板上に固定して設け、この発光素子もしくは受光素子と光ファイバーを光学的に接続するための石英系の光導波路が使われていた。各種光導波路のうち、最も薄い膜厚で構成されるシングルモードの光を伝送する平面型光導波路は、基板上に厚さ20μm程度の下部クラッド層とコア層上に、厚さが20μm程度の上部クラッド層を形成して構成される。このような条件は、相対的に屈折率の小さい上下クラッド層全体の膜厚を合わせると、極めて厚い膜で構成されることになる。

【0003】現状の光導波路の膜厚製造技術の多くは、 半導体集積回路技術に基づいた方法を用いて製造されて いる。すなわち、コア層や上下クラッド層などは、スパッタリング法や化学気相堆積 (CVD) 法などで形成さ れる。これらの方法は、成膜速度が遅く、製造に長時間 を要するため製造コストが高くなり、その低減が課題と なる。

【0004】これを改善した厚膜の高速堆積技術として、火炎堆積(FHD)法が提案されている。この火炎堆積法は、酸水素炎の還元雰囲気で、シラン(SiH、)などの金属水素化合物から酸化シリコン(SiO)の粉末を基板上に堆積するものである。ところが、この火炎堆積法は、粉末堆積であるが故に、製造が困難であり、また粉末を緻密化するために、1200~1300℃の高温熱処理を必要とするという問題があった。

酸化シリコン粉末の緻密化に髙温を要することは、コア 層の屈折率を大きくするために、高濃度に不純物をドー プしても、光伝送の損失が相対的に小さいという長所を 持つが、一方で蒸気圧が高い酸化ゲルマニウム(GeO 2) のような材料を髙濃度にドープすることを難しくし ている。また、基板上に堆積した酸化シリコン粉末を高 温で軟化して緻密化する場合、高温状態では、基板と堆 積膜間の歪みは開放し得るが、基板温度を常温まで下げ ると、基板と堆積膜との熱膨張係数の相違によって大き 10 な内部ストレスを内包することになる。この内部ストレ スによって、基板が大きく湾曲し、大規模・大面積の光 集積回路を形成する上での障害となっている。すなわ ち、光集積回路を形成するチップは、通常数mm×数十 mmの大型であり、この大型のチップを安価に大量に生 産するには、大型シリコン基板を用いれば有利となる が、上記のような内部ストレスによる基板曲がりのため に、大型基板の使用が困難になる。特に光回路で要求さ れる酸化シリコンの膜厚は、上記のように数十µmに達 することから、酸化シリコン膜を形成する工程の温度と 20 常温との温度差に基づく膨張係数の差は、基板のそりに 大きく影響する。

2

【0005】さらに、厚さ10μm程度のコア層をエッチングしてリッジ型コア部を形成するには、数μm程度の厚いエッチングマスク層を必要とすることと、そのマスク層自体のパターニングにも多数の製造工程と時間を必要とするという問題がある。

【0006】このような問題を回避するために、例えばWO91/10931号(PCT/GB91/00044)公報では、シリコン基板をフッ酸(HF)溶液中で、陽極化成処理して多孔質シリコンを作成し、この多孔質シリコンを窒化または酸窒化して光導波路を形成することが提案されている。すなわち、シリコン基板上に線状のドープ領域を形成し、このドープ領域を陽極化成処理して多孔質シリコン化し、次いでこの多孔質シリコン領域を窒化又は酸窒化してシリコン基板全面に不純物をドーピングし、このドーピングした領域を多孔質化するために2回目の陽極酸化を行い、作成された多孔質層を酸化して最後に緻密化のために1150℃、10分間の熱処理を行うものである。ところが、この方法では、40 二度のドーピング、陽極化成、酸窒化工程があり、複雑

40 二度のドーピング、陽極化成、酸窒化工程があり、複雑で長い工程が必要であるという問題があった。

【0007】また、V.B.Bondarenkoらは、Tech.Phys.Lett.19(1993)468.及びMicroelectronic Engineering 28(1995)447.において、多孔質シリコンを酸化して光導波路を形成する方法を開示している。この方法は、高濃度にボロン(B)をドープした単結晶シリコン基板上に窒化シリコン(SiN.)を形成して、この窒化シリコン膜を部分的に除去し、この部分的に除去した窒化シリコン膜をマスクとして単結晶シリコンを直接陽極化成により多孔質シリコン化し、その後、この多孔質シリコン

を酸化し、さらに酸化温度よりも高温の1150℃で25分間の緻密化処理を行うものである。この方法は簡単であるが、光伝搬の更なる低損失化という点において、次の2点の課題を残している。第1は、コア部とクラッド部それぞれの酸化膜の光学的性質と膜厚を自由に選べないこと。第2は、シリコン基板とコア部との間に介在すべきクラッド部の光学的特性と膜厚を任意に選択できないことである。このクラッド部の実効膜厚を充分に厚くできない場合、コア部を伝搬する光エネルギーはシリコン基板に漏れだし、伝搬損失が大きくなるという問題を誘発する。

【0008】さらに、米国特許第4,927,781 号公報およ び同第5,057,022 号公報には、多孔質シリコン層をクラ ッド部として用いるとともに、結晶質シリコン自体をコ ア部として用いる光導波路の作製方法が開示されてい る。すなわち、シリコン基板上に、高濃度ドープ層をエ ピタキシャル成長させるとともに、この高濃度ドープ層 上に低濃度ドープ層をさらにエピタキシャル成長させ、 この低濃度ドープ層のコアとなる部分のみを残して、他 の低濃度ドープ層部分を選択除去した後に、高濃度ドー プ層を多孔質化し、この多孔質化した部分を緻密化する ことによって、酸化シリコンを下部クラッド層にすると 共に、低濃度ドープ層の残存部分をコアとするものであ る。この方法は、二度のエピタキシャル成長とコアとな る「厚い」半導体層の選択エッチングなど形成工程が複 雑である。また、コアである結晶性シリコンは、波長 1. 3 µmの光に対する屈折率が3. 5と非常に大きい ため、この導波路から外部のファイバーなどに光を取り 出す際の導波路とファイバー間の光結合損失が大きくな り、結合損失の低減が課題となる。

【0009】本発明は、このような従来技術に鑑みて発明されたものであり、製造工程や構造が複雑化することを解消するとともに、装置としての再現性が悪いことを解消し、さらに装置が高価になることを解消した光導波路の製造方法を提供することを目的とする。

## [0010]

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明に係る光導波路の形成方法では、シリコン基板内にコア部とクラッド部から成る光導波路を形成する光導波路の形成方法において、前記シリコン基板の光導波路形成部分を多孔質化した後、プラズマ化若しくは活性化した酸素もしくは分子中に酸素原子を有する気体に曝して酸化する。

【0011】また、本発明に係る光導波路の形成方法では、前記多孔質化した領域をプラズマ化若しくは活性化した酸素若しくは分子中に酸素原子を有する気体と共に、ハロゲン原子を有する気体に曝して酸化することが望ましい。

【0012】また、本発明に係る光導波路の形成方法では、前記多孔質化した領域をプラズマ化若しくは活性化

した酸素若しくは分子中に酸素原子を有する気体に所定 時間曝して酸化した後、前記光導波路の屈折率を制御す るための不純物を含有する気体に所定時間曝すことが望 ましい。

4

## [0013]

【作用】多孔質シリコン層を酸化して石英質層を形成す る場合、シリコンコア表面に形成される厚さ1 nm以下 の初期酸化膜は、空隙の無い良質なSiO2になる。こ のことは多孔質シリコンの熱酸化工程において、シリコ 10 ンコア同士の密着を防ぐ目的で行われる乾燥酸素を用い た300℃程度の初期酸化工程で形成される表層酸化膜 の評価結果から実証されている。しかし、その後の酸化 膜の形成過程において酸化速度を大きくするための湿潤 酸素若しくは水蒸気を用いた熱酸化では、シリコン酸化 膜の構成要素である正四面体構造(テトラヘドラ)が無 秩序に並んだ非晶質ガラスとなり、多くの空隙を有する ため内部に水素やOH基、水分が取り込まれる。酸化工 程若しくはその後の高温処理工程で、取り込まれた水素 やOH基、水分は架橋酸素原子の化学結合を切断して酸 20 化膜のネットワーク (Si-O-Si、シロキサン結 合)と反応し、構造欠陥SiOHを作り出す。このSi OHは電子捕獲中心となり、未反応で残ったH2 O分子 も同様に電子トラップになり、光導波路特性における導 波損失の原因となる。これらは非酸化雰囲気の高温処理 で減少するが、初期酸化を同様に湿潤酸素等で行った場 合のシリコンと酸化膜界面付近のトラップを含め完全で

【0014】そこで、本発明のように、真空チャンバー内での活性気体の低温酸化を用いた場合、活性化された 高純度の乾燥酸化気体をチャンバーの真空雰囲気に導入 し、シリコンコアとの表面で反応させることで、酸化膜 の構造欠陥を引き起こすH2O等のコンタミネーション を極力除去でき、原理的にTEOS等を用いたCVD酸 化膜と同等の品質で酸化膜が形成できる。

### [0015]

【発明の実施の形態】以下、本発明を添付図面に基づき詳細に説明する。図1は、本発明に係る光導波路の形成方法の工程の一例を示す図である。まず、同図(a)に示すように、シリコン基板1上に、光導波路となる領域部分のみが開口したマスク層2を設ける。このマスク層2は、陽極化成処理で高濃度のフッ酸溶液を用いるため、耐フッ酸性が必要である。耐フッ酸性のマスク層としては、Au、Pt、aーSi、SiN、、レジスト膜などがある。また、これらの膜を多層構造にして、耐フッ酸性を増すことも可能である。シリコン基板1としては、p型或いはn型のいずれでも可能である。このシリコン基板1は、ポロンやシリコンなどの半導体不純物を高濃度(1×10<sup>18</sup> atom·cm<sup>-3</sup>以上)に含有する

50 【0016】次に、同図(b)に示すように、陽極化成

処理により、光導波路となる領域3を多孔質化する。こ の陽極化成処理を行うための装置を図2に示す。図2に おいて、1はシリコン基板、7は化成チャンバー、8は 陽極白金電極、9は陰極白金電極、10はフッ酸溶液、 11は直流電源である。化成チャンバー7はフッ素樹脂 などから成る。この装置では、陽極白金電極8側と陰極 白金電極9側のフッ酸溶液10はシリコン基板1を介し て分離されている。陰極白金電極9が入ったフッ酸溶液 10がシリコン基板1の表面から多孔質化する。陽極化 成処理で用いるフッ酸溶液10は、フッ化水素酸とエタ ノールと水の混合液で、フッ化水素酸濃度は15~50 %である。陽極化成処理時の電流密度は、10~250 mA/cm²である。シリコン基板1としてn型基板を 用いる場合は、陽極化成中にタングステンランプなどに より、光を照射する必要があるが、p型基板を用いる場 合は、光照射の必要はない。

【0017】図3は、陽極化成時間と多孔質シリコンの厚みとの関係を示す図である。図3に示すように、陽極化成時間と多孔質シリコンの厚みにはほぼ比例関係がある。シリコン基板1が30μm以上の深さまで多孔質化すれば、陽極化成処理を終える。この厚みが光導波路の径となるので、この領域3の径を調整する必要がある。この領域3の多孔度は45~60%程度に調整する。

【0018】次に、図1 (c) に示すように、シリコン 基板1上に光導波路パターンで形成された多孔質シリコ ン領域3を、希釈したHFで洗浄した後、活性気体の導 入若しくは活性気体を生成する機能のある真空装置に入 れて真空引きを行う。このような真空装置には、例えば アッシング装置、プラズマCVD装置、光CVD装置、 ケミカル・ドライ・エッチング装置、リアクティブ・イ オン・エッチング装置、ECR形反応性イオンエッチン グ装置等がある。なお、アッシング装置とは、半導体リ ソグラフィでエッチング工程後に残った不要なレジスト を除去する装置であり、RFやマイクロ波等で生成した 酸素ラジカルをレジスト表面で反応させてCO2 などに ガス化するための装置である。また、ケミカル・ドライ ・エッチング装置とは、反応性のガスを用いた薄膜除去 のためのエッチング装置の総称であるが、ここではリア クティブ・イオン・エッチング装置とは異なって、自己 若しくは任意のバイアス電圧印加による物理的なイオン 衝撃によるエッチング効果のない等方性エッチングを行 う装置をいう。まず、多孔質シリコン領域3表面に付着 した水分を除去するために、シリコン基板1を真空装置 に搬入して5×10<sup>-3</sup>Torr以下の状態で200~4 00℃まで加熱し、さらに5×10<sup>-6</sup> Torr以下まで 真空引きを行ない、300~500℃まで加熱して酸素 (O2) を導入する。初期酸化膜の形成に関しては低温 酸化で問題ないため、酸素をプラズマ化もしくは活性化 させるまでの間に0.01~20Torrの範囲でチャ ンバー内のガス圧力を固定して初期酸化を行う。その

後、RF若しくは電子サイクロトロン(ECR)、マイクロ波等で導入気体を活性化若しくはプラズマ化し、その雰囲気中にシリコン基板1を曝すことで多孔質化した領域3の酸化を行う。この際、CF4、NF3、SF6、BCl3、Cl2、CCl4、HBr、Br2等のハロゲンを含むエッチングガスを同時に導入すると、酸化膜の緻密化に効果がある。以上の方法で酸化を行うことで、従来方法に比べて低温での光導波路形状の多孔質シリコン層が形成できる。

6

10 【0019】コア部5の形成については、図1(d)に 示すように、クラッド層4部分を形成した後、プラズマ 化もしくは活性化した酸素の導入と同時に、PHa、P  $F_3$ ,  $PF_5$ ,  $PCl_3$ ,  $PCl_5$ ,  $GeCl_4$ , GeF4 、GeH4 、B2 H6 、BBr3 、BCl3 、BF 3 、若しくはTiやZr等を含む有機金属蒸気等を流し ながら酸化することで形成する。このような元素をドー ピングすることでクラッド層4の部分とは屈折率が変化 したコア層5を形成することができる。有機金属蒸気は プラズマ化もしくは活性化させた酸素と同じく多孔質シ 20 リコン領域3の表面に吸着し、多孔質シリコン領域3表 面の酸化と同時に膜中に取り込まれる。したがって、酸 化中にドーピング用不純物ガスの導入時期、流量、分圧 を任意に制御することでシリコン基板1の厚み方向での ドーピング量を制御することができる。なお、このコア 層5の形成は全ての多孔質シリコン領域3に酸化膜を形 成した後に、上記のような元素をイオン注入法や熱拡散 法でドーピングすることで形成してもよい。

【0.020】以上のドーピング工程において、Pドープ等で石英質の低融点化ができる場合、酸化後に600~3080℃程度の高温処理を加えることで、0.1dB/cm未満の低導波損失が実現できる。すなわち、Pのドーピング材料であるPO。ガラスは、SiO2に比べて融点が低いため、SiO2ガラスの溶融化に必要な1200℃以上のアニール工程が600~800℃程度で済み、低導波損失が実現できる。また、この高温処理で発生する見かけ応力は数MPa以下となり、8インチ以上の大型基板にも十分対応できる。

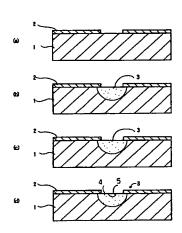
【0021】なお、上部クラッド層を設ける必要がある場合は、スピンオングラス法、CVD法、FHD法などので形成することができる。

#### [0022]

【発明の効果】以上のように、本発明に係る光導波路の 形成方法によれば、光導波路の形成部分を多孔質化した 後、プラズマ化若しくは活性化した酸素もしくは分子中 に酸素原子を有する気体に曝して酸化することから、活 性化された高純度の乾燥酸化気体をチャンバーの真空雰 囲気に導入し、シリコンコアとの表面で反応させること で、酸化膜の構造欠陥を引き起こすH2 〇等のコンタミ ネーションを極力除去でき、原理的にTEOS等を用い 50 たCVD酸化膜と同等の品質で酸化膜が形成できる。 【0023】また、工程が単純で短く、真に必要な部分のみを直接加工し、他の部分を加工しないことから、コア層の表面は基板の最初の表面にあり、光集積回路・シリコンプラットフォームとして、ファイバーとの接続を考えたとき、接続基準面をシリコン基板の最初の表面に規定できる有利さを持つ。さらに、基板のソリ・曲りが小さいため大型のシリコン基板を使用でき、光集積回路を安価且つ大量に供給できる。また、簡易に高精度の光ファイバーとの接続法を提供し、光通信網確立に資するところ大である。

【図面の簡単な説明】

【図1】



。 【図1】本発明に係る光導波路の形成方法の一実施形態 を示す図である。

【図2】本発明に係る光導波路の形成方法におけるシリコン基板の多孔質化工程を示す図である。

【図3】本発明に係る光導波路の形成方法におけるシリコン基板の陽極化成処理時間と多孔質シリコン層の厚みとの関係を示す図である。

【符号の説明】

1・・・シリコン基板、3・・・多孔質シリコン領域、

10 4・・・クラッド層、5・・・コア層

[図2]

